1/1 WPAT - ©Thomson Derwent

Accession Nbr:

1984-189990 [31]

Sec. Acc. CPI:

C1984-079819

Title:

Distillative fractionation column - provides intermediate components from centre zone contg. partition preventing cross-mixing of media

**Derwent Classes:** 

J01

Patent Assignee:

(BADI) BASF AG

Nbr of Patents:

3

**Nbr of Countries:** 

9

Patent Number:

**DE3302525** A 19840726 DW1984-31 15p \*

AP: 1983DE-3302525 19830126

卢JP59142801 A 19840816 DW1984-39

AP: 1984JP-0010379 19840125

区EP-122367 A 19841024 DW1984-43 Ger

AP: 1984EP-0100485 19840118 DSR: BE CH DE FR GB IT LI NL

**Priority Details:** 

1983DE-3302525 19830126

Citations:

No-SR.Pub

IPC s:

B01D-003/32 C07C-007/04 C10G-007/00

Abstract:

DE3302525 A

A mixt. of at least three components is fed into the side of a generally central area of a distillative fractionation column with multiple stages and from whose head and sump respectively two of the components can be recovered in pure form. Other components with an intermediate b.pt. and largely free of the head and sump components are extracted from a length of the central area

## THIS PAGE BLANK (USPTO)

adjacent the feed inlet and divided by vertical partitioning to prevent lateral cross-mixing between liq. and/or vapour components. The partitioning extends through sufficient column stages, established by calculation or experiment, to ensure the intermediate fractions are obtd. with the required purity.

ADVANTAGES - Pure intermediate prods. are obtd. without requiring auxiliary columns or increased heat supply. (0/4)

#### Manual Codes:

CPI: J01-A02A

**Update Basic:** 

1984-31

J . 3

**Update Equivalents:** 

1984-39; 1984-43

## THIS PAGE BLANK (USPTO)

(9) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

# **Offenlegungsschrift**

<sub>(1)</sub> DE 3302525 A1



**DEUTSCHES** PATENTAMT

BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

(1) Anmelder:

C7C7055 37

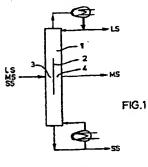
P 33 02 525.8 (21) Aktenzeichen: Anmeldetag: 26. 1.83

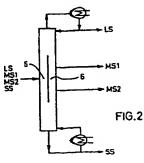
(43) Offenlegungstag: 26. 7.84 (5) Int. Cl. 3: B01 D 3/32

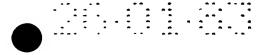
(72) Erfinder: Kaibel, Gerd, 6840 Lampert heim, DE

🔞 Destillationskolonne zur destillativen Zerlegung eines aus mehreren Fraktionen bestehe 🖪 den Zulaufproduktes

Destillationskolonne zur destillativen Zerlegung eines an einer Zulaufstelle in die Destillationskolonne eintretenden Zulaufproduktes, bestehend aus mehreren Fraktionen, in eine reine Kopf- und eine reine Sumpffraktion und mehrere, vorzugsweise eine oder zwei, im Siedebereich zwischen Kopf- und Sumpffraktion liegende und von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffraktionen freie oder weitgehend freie Mittelsiederfraktionen, wobei in einem Teilbereich der Destillationskolonne unterhalb und/oder oberhalb der Zulaufstelle in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen zur Verhinderung einer Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen angeordnet sind, die die Destillationskolonne in einen Zulaufteil, in den das Zulaufprodukt eintritt, und einen Entnahmeteil, aus dem die Mittelsiederfraktionen austreten, unterteilen, und daß die in Längsrichtung wirksamen Trenneinrichtungen über so viele Trennstufen ausgeführt sind, daß im Entnahmeteil die von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffraktionen freien oder weitgehend freien Mittelsiederfraktionen abgezogen werden können.







**O. Z.** 0050/36355

#### ~ Patentansprüche

Destil·lationskolonne zur destil·lativen Zerlegung eines 1. an einer Zulaufstelle in die Destillationskolonne eintretenden Zulaufproduktes, bestehend aus mehreren 5 Fraktionen, in eine reine Kopf- und eine reine Sumpffraktion und mehrere, vorzugsweise eine oder zwei, im Siedebereich zwischen Kopf- und Sumpffraktion liegende und von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffraktionen freie oder weitgehend freie Mittelsiederfraktio-10 nen, dadurch gekennzeichnet, daß in einem Teilbereich der Destillationskolonne unterhalb und/oder oberhalb der Zulaufstelle in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen zur Verhinderung einer Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen angeordnet sind, 15 die die Destillationskolonne in einen Zulaufteil, in den das Zulaufprodukt eintritt, und einen Entnahmeteil, aus dem die Mittelsiederfraktionen austreten, unterteilen, und daß die in Längsrichtung wirksamen Trenneinrichtungen über so viele Trennstufen ausge-20 führt sind, daß im Entnahmeteil die von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffraktionen freien oder weitgehend freien Mittelsiederfraktionen abgezogen werden können.

25

- 2. Trenneinrichtungen gemäß Anspruch 1, <u>dadurch gekennzeichnet</u>, daß bei einer Füllkörperkolonne oder einer Kolonne mit Packungen die Trenneinrichtungen als durchgehende Trennbleche zwischen den Kolonnenwänden ausgeführt sind.
- 3. Trenneinrichtungen gemäß Anspruch 1, <u>dadurch gekenn-</u> zeichnet, daß bei einer Kolonne mit Regensiebböden die

5

10

- 2 -

O. Z. 0050/36355

- Trenneinrichtungen als durchgehende Trennbleche zwischen den Kolonnenwänden ausgeführt sind, wobei die Höhe der Trennbleche dem Bodenabstand zwischen 2 Regensiebböden entspricht.
- 4. Trenneinrichtungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Bodenkolonnen mit einem oder mehreren Ablaufschächten die Trenneinrichtungen als durchgehende Trennbleche zwischen den Kolonnenwänden ausgeführt sind, wodurch der Raum zwischen den einzelnen
  Böden und die Ablaufschächte unterteilt werden.
- 5. Trenneinrichtungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Bodenkolonnen mit mehreren Ablaufschächten die Trenneinrichtungen als durchgehende
  Trennbleche zwischen den Kolonnenwänden ausgeführt
  sind und jeder dadurch entstehende Teilraum mit mindestens einem Ablaufschacht ausgerüstet ist.
- 20 6. Trenneinrichtungen gemäß Ansprüchen 1 bis 5, <u>dadurch</u>
  <u>gekennzeichnet</u>, daß die Trenneinrichtungen aus Materialien, die den Wärmedurchgang verringern, gefertigt
  sind.
- 25 7. Trenneinrichtungen gemäß Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Trenneinrichtungen derart konstruiert sind, daß sie wärmeisolierend wirken.
- 8. Trenneinrichtungen gemäß Ansprüchen 1 bis 5, <u>dadurch</u>
  gekennzeichnet, daß die Trenneinrichtungen mit einer
  Beheizungs- und/oder Kühlmöglichkeit ausgeführt sind.

15

20

30

35

-3-

**0. 2.**0050/36355

Destillationskolonne zur destillativen Zerlegung eines aus mehreren Fraktionen bestehenden Zulaufproduktes

Die Erfindung betrifft eine Destillationskolonne zur destillativen Zerlegung eines an einer Zulaufstelle in die Destillationskolonne eintretenden Zulaufproduktes, bestehend aus mehreren Fraktionen, in eine reine Kopf- und eine reine Sumpffraktion und mehrere, vorzugsweise eine oder zwei, im Siedebereich zwischen Kopf- und Sumpffraktion liegende und von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffraktionen freie oder weitgehend freie Mittelsiederfraktionen.

Bei der kontinuierlichen Trennung eines aus n Fraktionen bestehenden Stoffgemisches sind zur Zerlegung in die reinen Fraktionen n-1 Destillationsschritte erforderlich. Dies erfordert bei Stoffgemischen, die sich aus zahlreichen Fraktionen zusammensetzen, einen hohen technischen Aufwand.

Das in der Industrie, beispielsweise in Raffinerien, häufig angewandte Verfahren zur kontinuierlichen destillativen Trennung eines Stoffgemisches in seine Fraktionen ist das Verfahren der fraktionierten Destillation mittels einer Destillationskolonne (im folgenden Kolonne genannt), bei dem ein Stoffgemisch aus n Fraktionen in eine Kopfund eine Sumpffraktion und n-2 Seitenfraktionen zerlegt

tionen sind jedoch stets verunreinigt. Im Verstärkungsteil der Kolonne sind die Seitenfraktionen mit der leichtest siedenden Komponente verunreinigt, da diese an der Seitenabzugsstelle vorbeitransportiert werden muß. Man kann die Menge der Verunreinigungen durch die leichtest siedende Komponente zwar dadurch gering halten, daß man Seitenab-

wird. Mittels dieses Verfahrens ist es zwar möglich, reine Kopf- und reine Sumpffraktionen zu gewinnen, die Seitenfrak-



3302525

BASF Aktiengesellschaft

•

- 2-

**0.2.** 0050/36355

rzüge im Verstärkunsteil in flüssiger Form vornimmt. Entsprechend dem Dampf-/Flüssigkeitsgleichgewicht enthält die
flüssige Phase weniger der leichtest siedenden Komponente
als die Dampfphase, jedoch kann eine völlige Reinheit der
Seitenfraktion nie erreicht werden. Analog gilt dies für
den Abtriebsteil der Kolonne, wo man aus den vorgenannten
Gründen die Seitenfraktionen dampfförmig abzieht, jedoch
- abgesehen von nicht destillierbaren Stoffen, wie beispielsweise Salzen - ebenfalls keine völlige Reinheit der
Seitenfraktionen erzielen kann.

Eine andere Möglichkeit zur Verringerung des Trennaufwandes bietet der Einsatz einer Hauptkolonne mit angeschlossenen Seitenkolonnen. Hierbei benötigt jede Seitenentnahme eine eigene Seitenkolonne. Im Vergleich zur Ausführung mit völlig getrennten Kolonnen wird jedoch für jede Seitenentnahme ein Kondensator bzw. ein Verdampfer eingespart.

Eine weitere Möglichkeit zur Erhöhung der Reinheit der Seitenfraktionen bietet eine Vergrößerung der Heizleistung, da dann infolge des höheren Rücklaufverhältnisses eine stärkere Verdünnung des Leichtersieders an den Seitenabzugsstellen im Verstärkungsteil und des Schwerersieders an den Seitenabzugsstellen im Abtriebsteil der Kolonne eintritt. Diese bessere Produktreinheit muß jedoch durch höhere Energiekosten erkauft werden und scheidet meist aus wirtschaftlichen Gründen aus. Zudem kann durch diese Maßnahme auch bei Aufwendung größter Energiemengen nie eine völlige Reinheit der Seitenfraktionen erreicht werden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die vorgenannten Nachteile zu vermeiden.

10



- 3-

**Q.Z.** 0050/36355

-5-

- \*Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß in einem Teilbereich der Destillationskolonne unterhalb und/oder oberhalb der Zulaufstelle in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen zur Verhinderung einer Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen angeordnet sind, die die Destillationskolonne in einen Zulaufteil, in den das Zulaufprodukt eintritt, und einen Entnahmeteil, aus dem die Mittelsiederfraktionen austreten, unterteilen, und daß die in Längsrichtung wirksamen Trenneinrichtungen über so viele Trennstufen ausgeführt sind, daß im Entnahmeteil die von Verunreinigungen durch Kopfund Sumpffraktionen freien oder weitgehend freien Mittelsiederfraktionen abgezogen werden können.
- Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher beschrieben.

#### Es zeigen

20

25

30

- Figur 1 ein schematisches Verfahrensfließbild einer Kolonne zur destillativen Zerlegung eines Stoffgemisches aus 3 Fraktionen in reine Fraktionen mittels der erfindungsgemäßen Trenneinrichtung,
- Figur 2 ein schematisches Verfahrensfließbild einer
  Kolonne zur destillativen Zerlegung eines Stoffgemisches aus 4 Fraktionen in reine Fraktionen
  mittels der erfindungsgemäßen Trenneinrichtung,

#### Figuren 3

- und 4 jeweils ein schematisches Verfahrensfließbild einer Kolonne zur destillativen Zerlegung eines Stoffgemisches aus mehreren Fraktionen in reine Fraktionen mittels der erfindungsgemäßen Trenneinrichtung.
- Gemäß Figur 1 wird eine Kolonne 1 durch eine in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtung 2 unterhalb und ober-



5

10

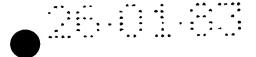
15

- ½--6 - Q. Z. 0050/36355

halb der Zulaufstelle in einen Zulaufteil 3 und einen Entnahmeteil 4 unterteilt. Der Mittelsieder wird aus dem Zulaufteil über dessen Verstärkungsteil und/oder dessen Abtriebsteil herausdestilliert. Es ist dabei beliebig, über welchen Teil der Zwischensieder aus dem Zulaufteil herausdestilliert wird. Entscheidend ist nur, daß aus dem Zulaufteil kein Schwerersieder nach oben und kein Leichtersieder nach unten herausdestilliert wird, was bei entsprechender Dimensionierung dieses Kolonnenteils möglich ist. Durch diese Maßnahmen wird erreicht, daß im Verstärkungsteil des Entnahmeteils kein Schwerersieder und im Abtriebsteil des Entnahmeteils kein Leichtersieder vorhanden ist. Hierdurch kann man an der Entnahmestelle, die in Höhe der Zulaufstelle aber auch höher oder tiefer liegen kann, eine reine Fraktion des Mittelsieders entnehmen. Im Gegensatz zu einer konventionellen Seitenabzugskolonne ist es hierbei unerheblich, ob der Seitenabzug in flüssiger oder dampfförmiger Form entnommen wird.

Wie Figur 2 zeigt, ist es bei der gleichen Anordnung auch möglich, ein Stoffgemisch aus 4 Fraktionen in 4 reine Fraktionen zu zerlegen. In diesem Fall wird der Verstärkungsteil des Zulaufteiles 5 so dimensioniert, daß der Mittelsieder 2 und der Schwerersieder nicht nach oben wegdestillieren können. Der Abtriebsteil des Zulaufteils verhindert, daß der Leichtersieder sowie der Mittelsieder 1 nach unten abgetrennt werden. Im Entnahmeteil 6 kann daher die Trennung der Mittelsieder in zwei reine Fraktionen erfolgen.

Die beiden in Figur 1 und Figur 2 dargestellten Beispiele zeigen das Grundprinzip bei der Verwendung von im Längs-richtung wirksamen Trenneinrichtungen und der dadurch erreichten Unterteilung der Kolonne in einen Zulauf- und einen Entnahmeteil. Dieses Grundprinzip läßt sich durch



5

10

-5-

O.Z. 0050/36355

\_ <del>7</del>

Tufügen weiterer Trenneinrichtungen ausdehnen und ermöglicht somit auch prinzipiell die Auftrennung von Gemischen
in beliebig viele reine Fraktionen. Dabei entspricht das
obere und/oder das untere Ende der Trenneinrichtung jeweils einer neuen Zulaufstelle. Mögliche Beispiele sind in
den Figuren 3 und 4 dargestellt. In der technischen Anwendung ist die Zahl der Fraktionen dadurch praktisch begrenzt, daß mit zunehmender Zahl der Fraktionen auch die
Zahl der benötigten Trennstufen ansteigt, was wegen der
Kolonnenbauhöhe, des Druckverlustes längs der Kolonne und
der damit oft zu hohen Sumpftemperaturen Grenzen setzt.

Die Trennstufenzahl einer solchen Kolonne entspricht etwa der einer konventionellen Seitenabzugskolonne, ist jedoch niedriger als bei einer Hauptkolonne mit Seitenkolonnen, wenn man die Gesamttrennstufenzahl vergleicht. Auch hinsichtlich des Energiebedarfes liegt die erfindungsgemäße Kolonne mit Zulauf- und Entnahmeteil günstiger als eine Kolonne mit Seitenkolonnen. Zudem ist als Vorteil zu werten, daß nur jeweils 1 Verdampfer sowie 1 Kondensator benötigt werden, während Seitenkolonnen eigene Verdampfer bzw. Kondensatoren erfordern.

Die Längsunterteilung im Bereich der Zulaufstelle verschiedener Kolonnen wird im nachfolgenden näher beschrieben; beispielsweise ist die Längsunterteilung bei einer
Füllkörperkolonne oder einer Kolonne mit Packungen besonders einfach. Hier genügt ein durchgehendes Trennblech
zwischen den Kolonnenwänden den Erfordernissen. Bei einer
Kolonne mit Regensiebböden kann die Unterteilung zwischen
den einzelnen Regensiebböden beliebig angebracht werden.
Voraussetzung ist, daß der Zwischenraum zwischen zwei
Regensiebböden in zwei völlig unabhängige Segmente unterteilt wird. Bei einer Kolonne mit Glockenböden, Ventilböden oder Siebböden jeweils mit einem Ablaufschacht



5

10

•

- 5--

**Q. Z.** 0050/36355

- 8

Tist es erforderlich, die Trennwand durch den gesamten Ablaufschacht zu legen. Bei den oben erwähnten Böden, die infolge großer Abmessungen mehrflutig, d.h. also jeder Boden mit zwei oder mehreren Ablaufschächten ausgerüstet ist, kann die Längsunterteilung beliebig angeordnet werden.

Die Auslegung einer solchen Kolonne bezüglich Heizleistung, Trennstufenzahl, Anordnung von Zulauf- und Seitenentnahmestellen sowie Länge der in Längsrichtung wirksamen Trennvorrichtung (Unterteilung) kann wie bei einer Kolonne ohne Längsunterteilung rechnerisch oder experimentell erfolgen.

Bei Kolonnen mit nur einer Seitenentnahme und etwa gleich großen Siedepunktsdifferenzen der Seitenabzugsfraktion zur Kopf- und Sumpffraktion kann man die Zulauf- und die Entnahmestelle auf gleicher Höhe anordnen. Wenn diese Siedepunktsdifferenzen jedoch sehr ungleich sind, ist es günstiger die Zulauf- und die Entnahmestelle auf verschiedener Höhe anzubringen.

Geringe Siedepunktsunterschiede der zu trennenden Fraktionen und hohe Reinheitsanforderungen an die Seitenfraktion erfordern lange Unterteilungen. Bei geringeren Anforderungen an die Trennschärfe genügen kürzere Trennvorrichtungen. Gegebenenfalls kann die Zulauf- oder Entnahmestelle auch am Ende der Trennvorrichtung angeordnet werden. Es ist bei verringerten Reinheitsansprüchen auch möglich, auf eine völlige Verhinderung der Quervermischung zu verzichten und einfachere Trennvorrichtungen vorzusehen, die beispielsweise infolge unvollständiger Abdichtung die Quervermischung von Flüssigkeit und/oder Brüden nur teil-weise unterdrücken.

30

5

10

15

20

25

30

35

- 7-

**Q. Z.** 00 50/36355

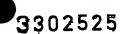
-9 -

Tinsbesondere bei Füllkörperkolonnen und Kolonnen mit Packungen kann es bei großen Siedepunktsdifferenzen der zu trennenden Fraktionen zweckmäßig sein, die Trennvorrichtung konstruktiv so auszubilden, daß sich eine Wärmedämmung ergibt, um eine die Trennwirksamkeit beeinträchtigende Ungleichverteilung der Flüssigkeit durch eine unkontrollierte Verdampfung bzw. Kondensation zu vermeiden. Im Falle von Trennblechen können diese z.B. doppel wandig mit einer innenliegenden wärmeisolierenden Schicht ausgeführt werden. Gegebenenfalls können die Trenneinbauten auch beheizt und/oder gekühlt werden.

Die Geometrie der Trenneinrichtung kann verschieden sein. So kann der Zulauf- oder Entnahmeteil z.B. als konzentrisches Innenrohr ausgebildet sein. Im allgemeinen sind jedoch als einfachste Ausführungsform ebene Trennbleche zu bevorzugen. Bei Bodenkolonnen mit großen Durchmessern bezieht man die Trennvorrichtung zweckmäßigerweise so in die Konstruktion ein, daß die Trennwände zur Festigkeit der Böden beitragen und eine leichtere Bauweise ermöglichen.

Der optimierte Betrieb einer Kolonne mit Längsunterteilung verlangt eine für jedes Trennproblem spezifische Aufteilung des Brüden- und des Flüssigkeitsstroms auf den Zulauf- und den Entnahmeteil. Dabei bietet die gezielte Aufteilung der Flüssigkeit am oberen Ende der Längsunterteilung keine besondere technische Schwierigkeiten, da sie analog zu der Flüssigkeitsaufteilung in Rücklauf und Ablauf am Kolonnenkopf vorgenommen werden kann.

Die Aufteilung des Brüdenstroms am unteren Ende der Trennvorrichtung wird durch das Flächenverhältnis von Zulaufund Entnahmeteil beeinflußt. Wie Destillationsrechnungen zeigen, kann die Aufteilung des Brüdenstroms in den



5

10

15

20

7

-8--/o-

Q.Z. 0050/36355

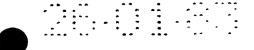
meisten Fällen in einem weiten Bereich von etwa 3: 1 bis 1: 3 variiert werden, ohne daß nennenswerte Nachteile hinsichtlich Energiebedarf oder Reinheit der Fraktionen auftreten, da Abweichungen in der Brüdenaufteilung durch entsprechende Änderungen der Flüssigkeitsaufteilung am oberen Ende der Längsunterteilung leicht kompensiert werden können. Daher kann man die Längsunterteilung in den meisten Fällen so anordnen, daß die Querschnittsfläche der Kolonne und damit annähernd auch der Brüdenstrom halbiert werden.

Eine Beeinflussung der Brüdenaufteilung durch besondere Maßnahmen ist nur in Sonderfällen angezeigt, wenn z.B. die Strömungswiderstände im Zulauf- und Entnahmeteil stark voneinander abweichen. Dies ist beispielsweise dann der Fall, wenn verschiedene Trennstufenzahlen oder verschiedene Einbauten mit unterschiedlichem Druckverlust (Geweberackungen, Füllkörper, Böden) vorhanden sind. Hier ist es zweckmäßig im Zulauf- und/oder Entnahmeteil zusätzliche Maßnahmen zur Beeinflussung der Strömungswiderstände vorzusehen, wie Blenden, Drosselklappen oder Destillationsböden mit hohem veränderbarem Flüssigkeitsstand.

An das Betreiben einer Kolonne mit Längsunterteilung

müssen keine besonderen Anforderungen gestellt werden. Die Produktreinheiten werden wie bei konventionellen Seitenabzugskolonnen über Temperaturen in der Kolonne geregelt, wobei bei längsunterteilten Kolonnen die Seitenabzugsmenge bevorzugt über Temperaturen im Entnahmeteil gesteuert

wird. Im allgemeinen genügt es, die Brüdenaufteilung grobeinzustellen z.B. auf den Wert 1:1. Auch die Flüssigkeitsaufteilung muß nicht genau gesteuert bzw. geregelt werden. Es genügt, sie auf einen festen Wert einzustellen, wobei es sich in der Regel empfiehlt, mehr Flüssigkeit in den Entnahme- als in den Zulaufteil zu geben. Wie Versuche



- 18 -

**Q.Z.** 0050/36355

in einer Kolonne im Labormaßstab zeigten, bringt eine Kolonne mit Längsunterteilung auch bei Brüden- und Flüssig-keitsaufteilungen, die beide willkürlich auf den (nicht optimalen) Wert 1: 1 festgelegt wurden, Produktreinheiten, die über die mit konventionellen Seitenabzugskolonnen ohne Längsunterteilung erreichbaren weit hinausgehen.

#### Beispiel

5

10

15

20

25

Trennung eines n-Hexan/n-Heptan/n-Octan-Gemisches

Die Trennung erfolgte bei Normaldruck in einer schutzbeheizten Füllkörperkolonne mit einem Innendurchmesser von 50 mm. Als Füllkörper wurden Maschendrahtringe mit 5 mm Durchmesser verwendet. Die Gesamtschütthöhe betrug 2,20 m und ergab eine theoretische Trennstufenzahl von etwa 50 Böden.

Zwischen dem 20. und 40. Boden (von unten gerechnet)
befand sich eine senkrecht angeordnete 3 mm dicke ebene
Trennwand aus PTFE-Kunststoff, die die Kolonne in zwei
Teile mit gleicher Querschnittsfläche unterteilte. In
diesem Bereich befanden sich auf Höhe des 32. Bodens
sowohl die Zulaufstelle als auch eine Seitenabzugsstelle
für Flüssigkeit. Am Kopf der Kolonne sowie oberhalb der
Trennwand waren magnetisch betätigte Schwenktrichter zur
Aufteilung der Flüssigkeit angebracht. Das Rücklaufverhältnis am Kopf der Kolonne betrug 4: 1. Oberhalb der Längsunterteilung wurde die Flüssigkeit im Mengenverhältnis
2,5: 1 auf den Entnahme- und den Zulaufteil aufgeteilt.

Das zu trennende Gemisch bestand aus einer äquimolaren Mischung von n-Hexan, n-Heptan und n-Octan, die in einer Menge von 200 g/h bei einer Temperatur von 70°C flüssig in die Destillationskolonne eingespeist wurde.

35

3302525

BASF Aktiengesellschaft

- 20 -- /2 ·

**Q. Z.** 0050 / 36355

"Als Kopfprodukt wurden bei 68°C ca. 57 g/h Flüssigkeit entnommen. Die gaschromatographische Analyse ergab einen Gehalt von 99,9 % n-Hexan. Am Kolonnensumpf (126°C) fielen etwa 76 g/h n-Octan in einer Reinheit von über 99,9 % an. Das bei einer Temperatur von ca. 98°C flüssig entrommene Seitenprodukt (etwa 67 g/h) enthielt ca. 99,3 % n-Heptan, 0,3 % n-Hexan und 0,4 % n-Octan.

Die Nachrechnung einer bezüglich Heizleistung und Trennstufenzahl vergleichbaren Seitenabzugskolonne ohne Längsunterteilung ergab, daß bei gleicher Kopf- und Sumpfreinheit für den Seitenabzug eine Reinheit von maximal 83 bis
85 % erreichbar wäre. Eine Reinheit von 99,3 %, wie sie mit
der längsunterteilten Kolonne erhalten wurde, würde eine
etwa 17fach höhere Heizleistung erfordern.

Zeichn.

20

5

25

**- /3 -**- Leerseite -

•

(\*),

.

-

.

ą.

٠.

